



---

PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE  
CALIDAD PEEC  
QUÍMICA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS

---

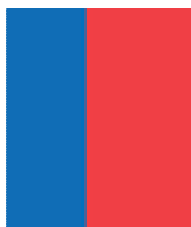
SUBPROGRAMA BIOTOXINAS MARINAS:  
TOXINA AMNÉSICA

---

INFORME FINAL ENSAYO DE APTITUD  
SP13-2014 V.0

---

DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL  
SUBDEPARTAMENTO DE METROLOGÍA Y DESARROLLO TECNOLÓGICO  
SECCIÓN METROLOGÍA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS



Departamento Salud Ambiental  
Subdepartamento de Metrología y Desarrollo Tecnológico  
Sección Metrología Ambiental y de Alimentos  
Instituto de Salud Pública de Chile  
Avda. Marathon 1000, Ñuñoa  
Santiago de Chile

**Coordinador PEEC:**

Leonor Esquivel M.  
25.09.2014 V.0

**Autorizado por:**  
**Jefe (S) Departamento Salud  
Ambiental**

Q.F. Iván Triviño A

[metrologia@ispch.cl](mailto:metrologia@ispch.cl)

Teléfono: (56) 225755605

## CONTENIDO

1. LISTA DE PARTICIPANTES	3
2. RESPONSABLES	3
3. INTRODUCCIÓN	4
4. MATERIAL DE ENSAYO	4
5. CRONOGRAMA	5
6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO	5
7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC	6
8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS	6
9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO	6
10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS	7
11. REFERENCIAS	7
12. ANEXOS	8

## **1. LISTA DE PARTICIPANTES**

---

SEREMI SALUD AYSÉN LABORATORIO DEL AMBIENTE	PUERTO AYSÉN
SEREMI SALUD COQUIMBO LABORATORIO DEL AMBIENTE	LA SERENA
SEREMI SALUD LOS LAGOS LABORATORIO AMBIENTAL LLANQUIHUE	PUERTO MONTT
SEREMI SALUD MAGALLANES LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA	PUNTA ARENAS
SEREMI SALUD VALPARAISO LABORATORIO AMBIENTAL DE VIÑA DEL MAR	VIÑA DEL MAR
UNIVERSIDAD AUSTRAL DE CHILE CENTRO DE ANALISIS DE RECURSOS AMBIENTALES	PUERTO MONTT
UNIVERSIDAD DE CHILE LABORATORIO DE TOXINAS MARINAS SEDE CASTRO	CASTRO
UNIVERSIDAD DE CHILE LABORATORIO DE TOXINAS MARINAS SEDE SANTIAGO	SANTIAGO

## **2. RESPONSABLES**

---

Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- Leonor Esquivel (Coordinador PEEC)

Colaboradores:

- Soraya Sandoval (revisión de informe).
- Tamara Salfate (elaboración documentación, embalaje y despacho del material de ensayo, revisión protocolo, estadística e informe preliminar).
- Gabriel Zambrano (embalaje y despacho de ítems de ensayo).

### 3. INTRODUCCIÓN

---

El presente informe corresponde a la evaluación de la ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma (SP13) "Determinación de Toxina Amnésica", desarrollado por el PEEC Química Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile (ISP), herramienta para evaluar la calidad de las prestaciones analíticas en productos pesqueros, específicamente en el área de biotoxinas marinas.

### 4. MATERIAL DE ENSAYO - ENVÍO

---

El ítem de ensayo enviado correspondió a un extracto de marisco, Material de Referencia Certificado (MRC) adquirido. El valor del analito de acuerdo a lo señalado en el certificado es:

<b>Ácido domoico</b>	<b>49 ± 3 μg / g</b>	<b>(± U<sub>k=2</sub>)</b>
----------------------	----------------------	----------------------------

A partir del MRC se preparó el ítem de ensayo correspondiente a un extracto orgánico de Ácido domoico realizado de acuerdo a las instrucciones del proveedor. Esta actividad fue ejecutada por el Laboratorio Designado en biotoxinas en mariscos de la Sección Metrología Ambiental y de Alimentos (SMAA) y perteneciente a la Red Nacional de Metrología. El lote de extracto producido fue analizado en cuanto a su homogeneidad por el Laboratorio de Toxinas Marinas del ISP, con el método CEN/TC 275 *European Standard*.

Para el test de homogeneidad se analizaron 10 muestras independientes en replicado. Obteniéndose un resultado aceptable de  $S_{sam}^2 (0,106) < C_{crítico} (0,17)$ . Para fines del ensayo de aptitud, el valor asignado se obtuvo del test de homogeneidad:

Valor asignado en extracto de marisco: Ácido domoico 8,5 μg/mL
--

Cada participante recibió las instrucciones para manipular el material de ensayo y realizar el análisis de rutina correspondiente. De igual manera, se indicó que debían cumplir con las prácticas estándares de seguridad durante el desarrollo del ensayo. A los participantes, se les recomendó analizar las muestras de ensayo utilizando los métodos rutinarios de análisis de sus laboratorios.

## 5. CRONOGRAMA

---

Envío de material de ensayo	12 de Agosto
Fecha límite de envío de resultados	10 de Septiembre
Fecha de informe parcial	17 de Septiembre

## 6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

---

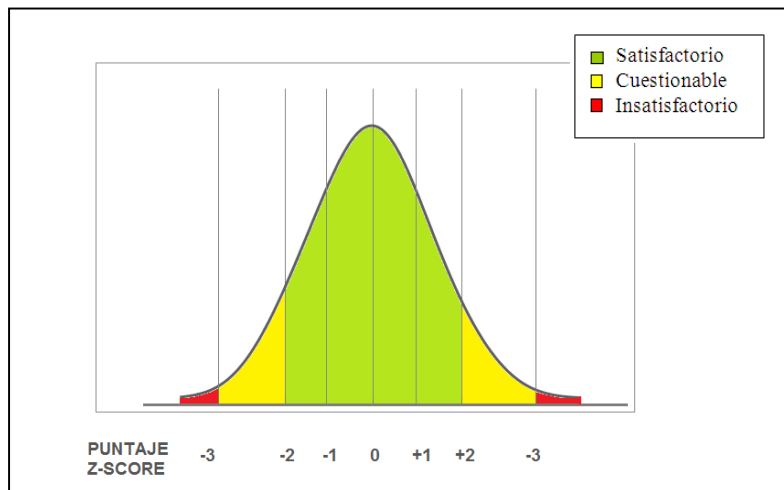
Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados y analizados estadísticamente.

Para poder comparar los diferentes resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios, estos son transformados a valores estándares (Z-score).

El Z-score estima el error que existe entre el resultado informado por el laboratorio participante y el valor asignado del material de ensayo, y la desviación estándar del ensayo de aptitud.

El valor asignado para la evaluación del analito, se obtuvo en base a los datos obtenidos del test de homogeneidad. Por lo tanto, la desviación estándar de la ronda, fue calculada en base al modelo estadístico de Horwitz.

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera:



**Figura1. Valor de z-score y criterios de aceptabilidad**

**[ Z ] ≤ 2:** es decir, entre -2, 00 y +2,00 el resultado del laboratorio es "satisfactorio".

**2 < [ Z ] < 3:** es decir, entre -2,01 y < -2,99 y; entre +2,01 y < +2,99 el resultado del laboratorio es "cuestionable".

**[ Z ] ≥ 3:** el resultado del laboratorio es "no satisfactorio"

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al **CIL** (código Identificación de Laboratorio) asignado a su laboratorio.

## **7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC**

---

### **7.1.- Datos**

De los 8 laboratorios adscritos: dos laboratorios no enviaron resultados, lo que se expresa en un 75 % de respuesta general. Los resultados enviados por los participantes se presentan en la tabla N° 2 que se encuentra en los anexos.

### **7.2.- Técnicas y métodos**

La técnica informada por los seis laboratorios participantes para el análisis de ácido domoico (toxina amnésica) es Cromatografía Líquida HPLC-UV.

Se indican como métodos de referencia: Procedimiento del ISP PRT-711.04-079, CEN/TC 275 *European Standard*, AOAC 991.26 e IOC. *Manuals and Guides* N° 33, UNESCO 1995 y método *in house*. (Ver gráfico n°3)

## **8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS**

---

En relación a la evaluación estadística se reportaron los siguientes resultados:

**Tabla N° 1: Resumen análisis estadístico muestra extracto de marisco**

<b>Parámetros</b>	<b>Resultados</b>
<b>n</b>	6
<b>Valor asignado, µg/mL</b>	8,50
$\sigma_{pt}$ , µg/mL	0,985
<b>N° anómalos</b>	0

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la tabla N° 2 (en anexos) se señalan los z-score obtenidos.

Se presentan las gráficas de los z-score obtenidos por los laboratorios para la muestra. (Ver anexos gráfico N°1). Se presentan gráficas circulares para expresar porcentualmente los resultados satisfactorios obtenidos en cada caso.

## **9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO**

---

Los laboratorios evaluados con desempeño satisfactorio Z-score  $\leq 2$  fueron cinco y un laboratorio resultó con desempeño cuestionable. En anexos se presentan gráficamente los porcentajes de desempeño obtenido para la ronda, representación de z-score obtenido por los participantes y los métodos de referencia asociados a cada desempeño.

## **10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS**

---

- a) Dos (2) laboratorios de los ocho (8) adscritos no reportaron resultados, o bien, no finalizaron el proceso de envío de resultados, en ambos casos quedaron fuera de evaluación.
- a) Un 83,3% de los laboratorios participantes que reportaron resultados, obtuvieron un desempeño satisfactorio, correspondiente a cinco (5) laboratorios. En cambio sólo un (1) laboratorio obtuvo un desempeño cuestionable, equivalente a un 16,7%.
- b) Para el laboratorio que cuente con un Z-Score en el rango cuestionable se recomienda evaluar el/los análisis de causa que dieron origen a la desviación de los resultados reportados, según lo definido en sus procedimientos.
- c) La versión final de este informe se publicará en [www.ispch.cl](http://www.ispch.cl).

## **11. REFERENCIAS**

---

1. *The International Harmonized Protocol for Proficiency testing of analytical chemistry laboratories (2006). Pure Appl. Chem. Vol78, pp 145-196.*
2. *NCh-ISO 17043-2011, Evaluación de la conformidad – requisitos generales para los ensayos de aptitud*



## 12. ANEXOS

**Tabla N° 2.** Resultados reportados y z-score para muestra de extracto de marisco.

Código del Laboratorio	N° Muestra	Resultados reportados por participante µg/mL	Z-score	E
QAMA0815	SP13-1417	10,70	2,23	<b>C</b>
QAMA0855	*	*	-	-
QAMA0861	*	*	-	-
QAMA0869	SP13-1446	9,50	1,01	<b>S</b>
QAMA0951	SP13-1416	8,91	0,42	<b>S</b>
QAMA0953	SP13-1444	9,10	0,61	<b>S</b>
QAMA0959	SP13-1429	9,99	1,51	<b>S</b>
QAMA0961	SP13-1454	10,01	1,53	<b>S</b>
Valor asignado		8,5		

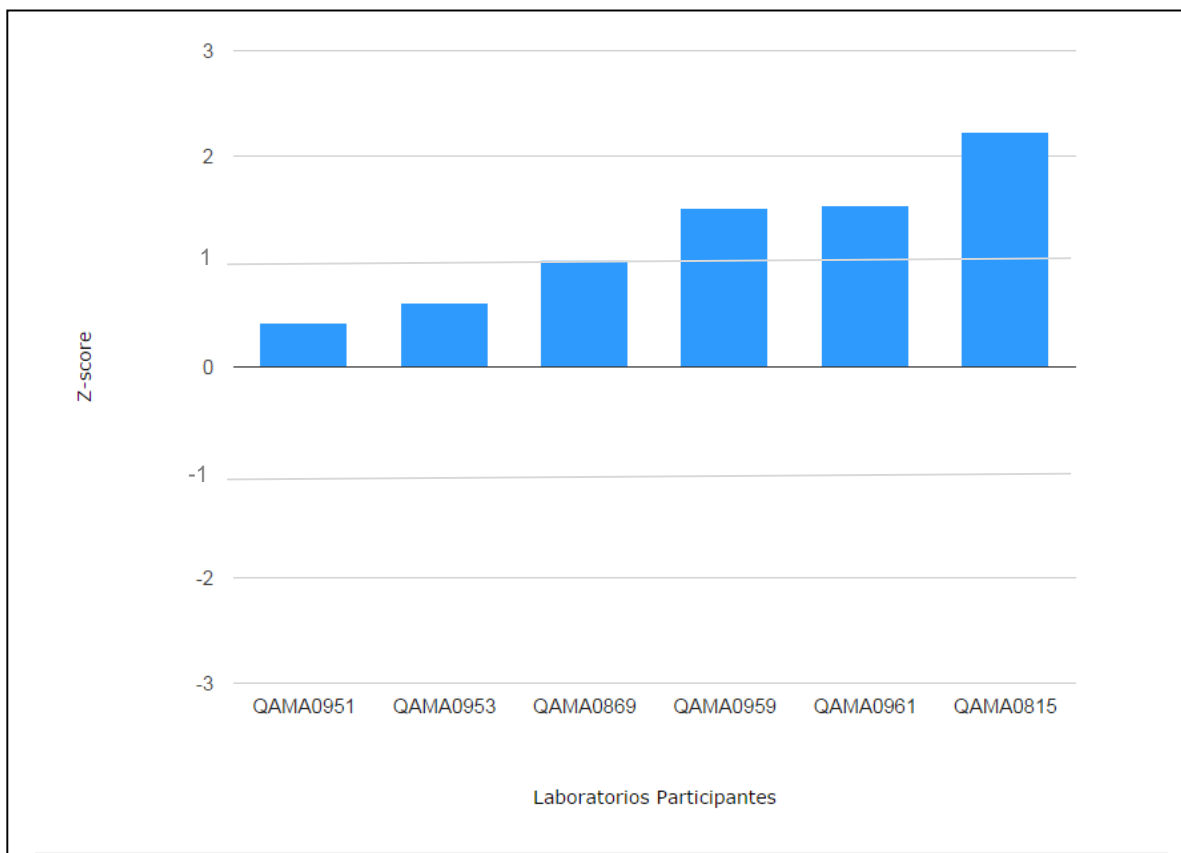
\*: No envía resultados.

Evaluación de desempeño	E
Satisfactorio	<b>S</b>
Cuestionable	<b>C</b>
No Satisfactorio	<b>I</b>

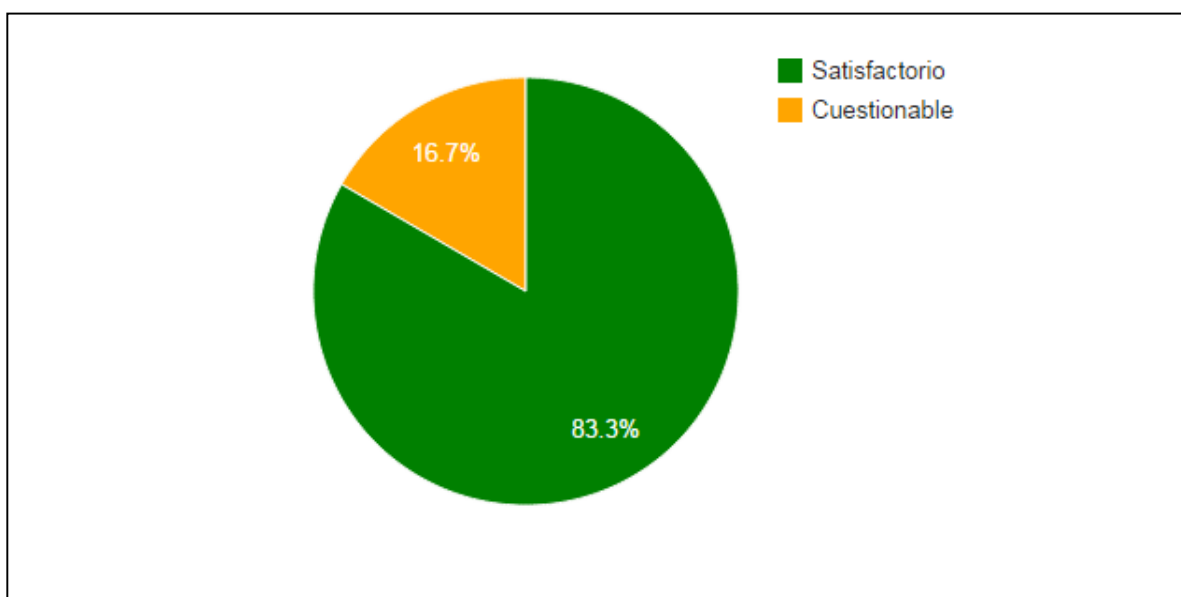
**Tabla N° 3.** Evaluación de desempeño según método de referencia informado.

Método de Referencia	ISP PRT-711.04- 079	CEN/TC 275 <i>European Standard</i>	AOAC 991.26	IOC. Manuals and Guides No. 33. UNESCO 1995	Método in house
Satisfactorio	1	1	1	1	1
Cuestionable	1				
Insatisfactorio					

**Gráfico N° 1:** Gráfico de distribución Z-score.



**Gráfico N° 2:** Gráfico porcentual evaluación de desempeño- Muestra extracto de marisco



**Gráfico N° 3:** Gráfico de Evaluación de desempeño vs. Método de referencia.

